

PCT

ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE  
Bureau international



(7)

DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

<p>(51) Classification internationale des brevets 6 : <b>B01D 39/04, 39/06, C12H 1/04, 1/06, B01D 37/02, 41/02</b></p>		<p>A1</p>	<p>(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 96/35497</b> (43) Date de publication internationale: 14 novembre 1996 (14.11.96)</p>
<p>(21) Numéro de la demande internationale: <b>PCT/IB96/00440</b></p>		<p>(81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, brevet ARIPO (KE, LS, MW, SD, SZ, UG), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p>	
<p>(22) Date de dépôt international: <b>10 mai 1996 (10.05.96)</b></p>			
<p>(30) Données relatives à la priorité: <b>95/05636 12 mai 1995 (12.05.95)</b></p>		<p>FR</p>	
<p>(71) Déposant (<i>pour tous les Etats désignés sauf US</i>): INTERBREW [BE/BE]; Grand-Place 1, B-1000 Bruxelles (BE).</p>			
<p>(72) Inventeurs; et</p>		<p>Publiée</p>	
<p>(75) Inventeurs/Déposants (<i>US seulement</i>): VAN DEN EYNDE, Erik [BE/BE]; Paardeveldstraat 25, B-3020 Winksele (BE). HERMIA, Jacques [BE/BE]; Rue Saint-Martin 22, B-1457 Walhain (BE). RAHIER, Georges [BE/BE]; Rue Louvrex 65/011, B-4000 Liège (BE).</p>		<p><i>Avec rapport de recherche internationale.</i></p>	
<p>(74) Mandataires: KEIB, Gérard etc.; Brevets Rodhain &amp; Porte, 3, rue Moncey, F-75009 Paris (FR).</p>			

(54) Titre: **FILTRATION ADJUVANTS, FILTRATION SUPPORTS, FILTRATION PROCESS USING THEM AND PROCESS FOR REGENERATING SAID ADJUVANTS**

(54) Titre: **ADJUVANTS DE FILTRATION, SUPPORTS DE FILTRATION, PROCEDE DE FILTRATION LES UTILISANT ET PROCEDE DE REGENERATION DESDITS ADJUVANTS**

(57) Abstract

The invention relates to new regeneratable filtration adjuvants which are usable for the filtration of liquids, particularly beer at the end of the secondary fermentation storage, characterized in that they comprise synthetic or natural incompressible polymer grains or natural incompressible grains having a sphericity coefficient varying between 0.6 and 0.9 approximately.

(57) Abrégé

L'invention se rapporte à de nouveaux adjuvants de filtration régénérables, utilisables pour la filtration de liquide, notamment de bière fin de garde qui se caractérisent en ce qu'ils comprennent des grains polymériques synthétiques ou naturels incompressibles ou des grains incompressibles naturels possédant un coefficient de sphéricité variant entre environ 0,6 et environ 0,9.

BEST AVAILABLE COPY

**UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Arménie	GB	Royaume-Uni	MW	Malawi
AT	Autriche	GE	Géorgie	MX	Mexique
AU	Australie	GN	Guinée	NE	Niger
BB	Barbade	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BE	Belgique	HU	Hongrie	NO	Norvège
BF	Burkina Faso	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BG	Bulgarie	IT	Italie	PL	Pologne
BJ	Bénin	JP	Japon	PT	Portugal
BR	Brésil	KE	Kenya	RO	Roumanie
BY	Bélarus	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CA	Canada	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CF	République centrafricaine	KR	République de Corée	SE	Suède
CG	Congo	KZ	Kazakhstan	SG	Singapour
CH	Suisse	LI	Liechtenstein	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LR	Libéria	SN	Sénégal
CN	Chine	LT	Lithuanie	SZ	Swaziland
CS	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CZ	République tchèque	LV	Lettonie	TG	Togo
DE	Allemagne	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DK	Danemark	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
EE	Estonie	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	UG	Ouganda
FI	Finlande	MN	Mongolie	US	Etats-Unis d'Amérique
FR	France	MR	Mauritanie	UZ	Ouzbékistan
GA	Gabon			VN	Viet Nam

Adjuvants de filtration, supports de filtration, procédé de filtration les utilisant et procédé de régénération desdits adjuvants.

La présente invention se rapporte à de nouveaux adjuvants de filtration, utilisables dans la filtration de liquides, notamment de bière fin de garde. Elle se rapporte également à un nouveau procédé de filtration utilisant lesdits nouveaux adjuvants de filtration. Elle concerne enfin un nouveau procédé de régénération in situ desdits adjuvants de filtration ainsi que de nouveaux supports de filtration.

10

Les adjuvants de filtration constituent des substances utilisées dans les séparations solide - liquide avec formation d'un dépôt sur un tamis ou un support, soit seules, soit en mélange avec les substances à retenir et assurent par une action principalement mécanique, l'efficacité de la séparation.

15

Plusieurs types d'adjuvants de filtration peuvent être différenciés selon leurs constituants principaux.

Le type d'adjuvant le plus fréquemment utilisé en brasserie est le kieselguhr, composé principalement de diatomées calcinées.

20

D'autres types d'adjuvants comprennent notamment les perlites issues de roche volcanique, l'amidon, la cellulose ainsi que les matières synthétiques polymériques fibreuses.

25

Ces différents adjuvants forment, pendant la filtration, un milieu poreux captant les impuretés à éliminer et facilitent l'écoulement de la phase liquide.

30

Les adjuvants décrits dans ce qui précède peuvent être utilisés soit dans la technique dite en précouche, soit dans la technique dite d'alluvionnage.

Un secteur industriel dans lequel les adjuvants de filtration sont utilisés est le domaine de la brasserie.

5 En effet, la grande majorité des bières mises sur le marché doivent présenter une couleur brillante et être exemptes de micro-organismes. Pour le brasseur, ces exigences sont généralement respectées lorsque la bière possède une valeur de clarté E.B.C. (European Brewing Convention) inférieure à 0,5° EBC et une teneur en micro-organismes inférieure à 5 levures par litre.

10

Les valeurs de clarté E.B.C. et leur appréciation sont définies dans la publication : Analytica-E.B.C., 4ème Ed., 1987, Revue de la Brasserie et des Boissons Ed., Zurich.

15

Jusqu'à présent, le procédé le plus économique et le plus efficace pour atteindre ces valeurs consiste à utiliser un adjuvant de filtration dans le processus de fabrication de la bière.

20

En effet, la bière, après sa maturation dans des réservoirs de garde, doit être clarifiée et filtrée préalablement à son conditionnement pour éliminer un certain nombre d'impuretés, en particulier un trouble colloïdal ainsi que des levures. Après filtration, la bière présente alors une couleur brillante et une stabilité suffisante pour sa conservation.

25

La filtration avec adjuvant de la bière est généralement réalisée en utilisant l'une des deux techniques suivantes, à savoir la filtration sur masse ou la filtration en alluvionnage, cette dernière nécessitant la formation d'une précouche préalable.

La filtration en alluvionnage, de loin la plus couramment utilisée, consiste à déposer sur le milieu filtrant et préalablement à la filtration proprement dite, une première précouche de l'adjuvant de filtration d'une taille grossière pour protéger le support de filtration (par exemple des filtres à bougies ou des filtres-plans) d'une part et faciliter le débâtissage du filtre après filtration et le nettoyage du support de filtration d'autre part. Fréquemment, une seconde précouche de l'adjuvant d'une taille similaire à celle utilisée pour l'alluvionnage est déposée pour aider à l'obtention d'un filtrat clair dès le début du cycle de filtration.

10 En alluvionnage, l'adjuvant est mélangé à la bière avant la filtration pour former une suspension. Cette suspension forme lors de la filtration un gâteau mixte contenant à la fois des impuretés et l'adjuvant.

15 Lorsque le cycle de filtration est terminé, le gâteau d'adjuvant renfermant les impuretés retenues, notamment les levures, est éliminé par débâtissage sous la forme d'une suspension épaisse, communément appelée bourbe.

20 Dans le cas où la filtration est réalisée en utilisant des filtres à bougies, le débâtissage est généralement réalisé en envoyant à contre-sens dans le milieu filtrant une émulsion gaz-eau sous pression qui décolle le gâteau dudit milieu filtrant et le fait tomber dans le fond de la cuve de filtration où il est recueilli.

25 Dans le cas où la filtration est réalisée en utilisant des filtres à plateaux horizontaux, le gâteau est éliminé par la force centrifuge créée par la rotation des éléments filtrants.

Dans la filtration sur masse, l'adjuvant est déposé directement sur le support filtrant avant la filtration de la bière.

L'utilisation d'adjuvants de filtration, en particulier de kieselguhr, présente cependant un certain nombre d'inconvénients.

5 L'un des principaux inconvénients réside dans le fait que l'adjuvant ne peut être utilisé que pour un seul cycle de filtration.

10 Le brasseur est alors obligé de rejeter l'adjuvant, notamment le kieselguhr, et d'utiliser une nouvelle quantité d'adjuvant frais. On conçoit alors les problèmes que pose ce rejet pour l'environnement, en plus du coût supplémentaire du produit final lié à un approvisionnement régulier en adjuvant.

15 Des techniques de régénération de l'adjuvant, en particulier du kieselguhr, ont donc été envisagées, sans répondre cependant totalement aux besoins des industriels.

20 En effet, les techniques actuelles de régénération des adjuvants, en particulier du kieselguhr, ne permettent d'obtenir qu'une régénération partielle de l'adjuvant. Le brasseur est ainsi obligé d'ajouter, à chaque nouveau cycle de filtration, une certaine quantité d'adjuvant frais pour compenser la baisse d'efficacité de la filtration dûe notamment à l'accroissement de la quantité d'impuretés présentes, voire de rejeter, après plusieurs cycles de filtration, l'adjuvant régénéré partiellement, avec les problèmes déjà évoqués ci-dessus.

25 En outre, ces procédés nécessitent l'utilisation d'installations particulières et distinctes de celles des installations de filtration. Elles entraînent de ce fait des frais importants en investissement et en fonctionnement, notamment de frais de transport de l'adjuvant vers le site de régénération.

30 Des recherches ont alors été menées pour développer un adjuvant régénérable permettant de résoudre les problèmes décrits dans ce qui précède. Un

adjuvant de filtration de ce type a notamment été proposé, consistant en des billes sphériques de matériau synthétique, pouvant être régénéré dans les installations de filtration existantes. Cet adjuvant ne permet toutefois de résoudre qu'en partie les inconvénients évoqués ci-dessus.

5

En effet, la forme quasiment sphérique des particules d'adjuvant nécessite l'utilisation de particules d'une taille relativement importante, notamment supérieure à 100 µm, pour obtenir une perméabilité acceptable du gâteau et conduit à un milieu filtrant d'une épaisseur importante. De plus l'efficacité de la 10 filtration est généralement insuffisante.

En outre, le degré de régénération obtenu par les techniques conventionnelles s'avère encore insatisfaisant.

15

L'invention a pour principal but de remédier en grande partie à ces inconvénients, en proposant de nouveaux adjuvants régénérables à un niveau satisfaisant sans utiliser d'installations spéciales.

20

L'invention a également pour but de proposer un nouveau procédé de filtration utilisant les nouveaux adjuvants de l'invention, qui permette d'obtenir un liquide répondant aux exigences actuelles de qualité.

L'invention a également pour but de proposer un nouveau procédé de régénération des adjuvants de filtration.

25

L'invention a enfin pour but de proposer de nouveaux supports de filtration utilisables notamment avec les adjuvants de l'invention.

30

Les nouveaux adjuvants de filtration régénérables selon l'invention, utilisables pour la filtration de liquides, notamment de bière fin de garde, se

caractérisent en ce qu'ils comprennent des grains incompressibles polymériques synthétiques ou naturels ou des grains incompressibles naturels possèdent un coefficient de sphéricité variant entre environ 0,6 et environ 0,9.

5        Dans le cadre de la présente invention, le coefficient de sphéricité est défini selon la méthode décrite dans la publication "Particle size measurement", T. Allen, p. 76-77, Chapman and Hall Ed., London 1974.

10      De préférence, les nouveaux adjuvants selon l'invention comprennent des grains d'une taille moyenne variant entre environ 20  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$ , formant un gâteau de filtration d'une porosité comprise entre environ 0,4 et environ 0,8 et d'une masse spécifique variant entre environ 1000 et environ 1500  $\text{kg/m}^3$ .

15      Dans le cadre de la présente invention, la porosité du gâteau de filtration est déterminée par la méthode décrite par R. Leenaerts dans : La Filtration Industrielle des Liquides, Tome 1, Chapitre 2, Société Belge de Filtration Ed., 1974.

20      De préférence, les nouveaux adjuvants selon l'invention comprennent des grains d'une taille moyenne variant entre environ 20  $\mu\text{m}$  avec un écart-type d'environ 10  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$  avec un écart-type d'environ 25  $\mu\text{m}$ .

25      De préférence, les adjuvants de l'invention possèdent une taille moyenne de grains d'environ 35  $\mu\text{m}$  avec un écart-type d'environ 15  $\mu\text{m}$  et une masse spécifique d'environ 1200  $\text{kg/m}^3$ .

30      Les adjuvants selon l'invention forment l'ossature d'un milieu poreux qui piège les impuretés lorsqu'elles se déposent à sa surface sans pour autant se colmater instantanément. Pour ce faire, il doit y avoir pontage entre les particules

d'adjuvant afin que les impuretés se logent dans les anfractuosités situées entre les particules d'adjuvant sans subir de déformation ni participer à la structure du milieu granulaire.

5                   L'obtention d'une porosité adéquate du milieu poreux repose sur l'emploi d'un adjuvant dont la forme favorise la formation de surface de contact entre les particules et dont la distribution granulométrique est suffisamment serrée pour ne pas donner lieu à une distribution de la taille des pores trop importante.

10                 Selon l'invention, les adjuvants possèdent une forme de grains, intermédiaire entre la forme fibreuse et compressible des adjuvants de type kieselguhr et la forme pratiquement sphérique des adjuvants synthétiques en billes de l'art antérieur qui engendrent des gâteaux de faible porosité.

15                 Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, les adjuvants de l'invention comprennent des grains incompressibles polymériques synthétiques ou naturels ou des grains incompressibles naturels obtenus notamment à partir de polyamide, de polychlorure de vinyle, de produits fluorés tels que le TEFLON®, de polypropylène, de polystyrène, de polyéthylène, de certains dérivés de silice, 20 par exemple de ryolites ou de verre, ainsi que leurs mélanges.

A titre illustratif et non limitatif de polyamides utilisables dans le cadre de la présente invention, on citera notamment le polycaprolactame, l'adipamide de poly(hexaméthylène), le nonanediamide de poly(hexaméthylène), 25 le sébacamide de poly(hexaméthylène), le dodécanodiamide de poly(hexaméthylène), le polyundécanolactame, le polylauryllactame et/ou leurs mélanges.

30                 Les polyamides ci-dessus appartiennent à la famille des produits commercialisés sous la marque NYLON®.

5 Selon une forme particulièrement préférée de l'invention, le polyamide constituant le constituant principal des adjuvants de la présente invention est le polyundécanolactame.

10

De préférence, les adjuvants de la présente invention sont de qualité alimentaire et résistent aux solutions acides et alcalines diluées. Ils présentent de plus une résistance suffisante à l'abrasion et aux agents de régénération, ainsi qu'à des températures de l'ordre de 100°C. Ils sont de plus indéformables sous l'effet de la pression de filtration.

15 L'invention a également pour objet un nouveau procédé de filtration de liquides.

20

Le procédé de filtration d'un liquide, notamment de bière fin de garde comprenant des étapes de désaération, de dépôt d'une précouche sur un support de filtration, de recirculation, se caractérise en ce que l'étape de filtration est réalisée avec un adjuvant de filtration selon la présente invention.

25

De préférence, les proportions entre l'adjuvant et le liquide à filtrer varient entre environ 25 g d'adjuvant / hl de liquide et environ 250 g d'adjuvant / hl de liquide.

30

Selon l'invention, le procédé de filtration suit les mêmes étapes qu'une filtration avec kieselguhr jusqu'à la fin de l'étape des nachlaufs. On désigne généralement par nachlauf l'étape consistant, après le cycle de filtration, à évacuer la bière hors du milieu filtrant en effectuant un lavage à l'eau.

35

Ces étapes consistent notamment en un dégazage ou une désaération du filtre comprenant le milieu filtrant et l'appareillage de filtration. Une précouche

est déposée sur le support filtrant selon la technique conventionnelle, à savoir à un débit proche de 25 hl / hm<sup>2</sup>.

5 L'eau remplissant le filtre est ensuite évacuée en effectuant un passage de la bière additionnée d'adjvant dans l'étape appelée vorlauf. Lorsque la composition du mélange eau-bière est satisfaisante, l'étape de filtration débute et le filtrat obtenu est ensuite envoyé vers l'unité d'embouteillage.

10 Selon une forme de réalisation préférée de l'invention, le procédé comporte de plus une étape de stabilisation. Cette étape peut être effectuée pendant ou après l'étape de filtration proprement dite, en utilisant des additifs conventionnellement employés, tels que notamment les gels de silice, les tanins galliques, etc. Généralement, lorsque la stabilisation est effectuée après la filtration, des enzymes protéolytiques et du polyvinylpyrrolidone (PVPP), de 15 préférence régénérables, sont utilisés.

Avantageusement, la stabilisation est effectuée de façon concomittante à la filtration.

20 Selon une forme de réalisation préférée de la présente invention, le procédé de filtration comporte de plus une étape de régénération in situ de l'adjvant de filtration.

Selon l'invention, cette étape de régénération in situ de l'adjvant de filtration, comprend les étapes consistant à :

25 - laver le milieu filtrant avec une solution de soude, à une concentration variant entre environ 2 % et environ 5 %, une température d'au moins environ 80°C, pendant une durée variant entre environ 60 minutes et environ 120 minutes, et

30 - effectuer un traitement enzymatique du milieu filtrant avec une composition enzymatique, à une température variant entre environ 40°C et

environ 60°C, pendant une durée variant entre environ 100 minutes et environ 200 minutes, ledit traitement enzymatique étant réalisé après plusieurs cycles de filtration.

5 Avantageusement, la composition enzymatique comprend des protéases ainsi que des agents capables de lyser les levures.

10 On citera à titre non limitatif de compositions enzymatiques utilisables dans le cadre de la présente invention, le produit disponible commercialement sous la dénomination SP299 auprès de la société Novo, Danemark et le produit YLE® disponible commercialement auprès de la société Amano, Japon.

15 Des agents de catalyse enzymatique peuvent éventuellement être ajoutés à la composition enzymatique dans le but d'améliorer encore son efficacité.

20 On remarquera au sujet du traitement enzymatique de l'adjuvant que ce traitement n'est pas effectué nécessairement à la fin de chaque cycle de filtration, mais seulement lorsque la montée en pression dans le filtre durant le cycle de filtration devient trop importante.

25 De préférence, le traitement enzymatique est réalisé lorsque la montée en pression par heure devient trop importante et significativement plus élevée qu'avec un adjuvant de filtration non encrassé. On entend par adjuvant non encrassé un adjuvant frais ou totalement régénéré.

30 Par exemple, le traitement enzymatique est réalisé lorsque la montée en pression dans la cuve de filtration atteint environ 80 % de la pression maximale autorisée par la structure mécanique du filtre, soit dans une période de temps significativement plus courte qu'avec un adjuvant non encrassé, soit avec un

volume de bière filtrée significativement plus réduit qu'avec un adjuvant non encrassé.

5        Lorsque le procédé de filtration selon l'invention comprend une étape de stabilisation, la régénération de l'adjuvant de filtration provoque également la régénération de l'agent stabilisant, par exemple du PVPP.

10      Le procédé de filtration selon la présente invention permet donc d'obtenir une bière répondant aux exigences en termes de clarté et de stabilité et permet également de régénérer l'adjuvant de filtration directement dans la cuve de filtration sans avoir à le transporter et sans avoir à modifier les installations existantes.

15      Le procédé de filtration selon l'invention peut être mis en oeuvre avec différents supports de filtration.

20      Selon une première forme de réalisation, la filtration est réalisée sur des filtres à bougies, déjà largement utilisés en brasserie. Les filtres à bougies utilisables dans le cadre de la mise en oeuvre du procédé selon l'invention comprennent un fil enroulé en spires autour d'un support vertical, la distance entre deux spires variant entre environ 20 µm et environ 70 µm, de préférence entre environ 20 µm et environ 45 µm.

25      Avantageusement, le fil est réalisé à partir de matière de qualité alimentaire, résistante aux réactifs utilisés dans le procédé de filtration. Selon une forme particulièrement avantageuse, le fil enroulé en spires a une forme trapézoïdale, le grand côté du trapèze étant dirigé vers l'extérieur du filtre à bougies, du côté de la matière à filtrer. De cette façon, les particules contenues dans la bière et de taille inférieure à la distance entre les spires, passent au travers du filtre, sans risquer de se colmater dans l'épaisseur du fil et d'obstruer ainsi le

filtre, les dimensions du passage dans l'épaisseur du fil étant plus grandes que la distance de passage entre deux spires.

5 A titre d'exemples non limitatifs de filtres à bougies utilisables, on citera les produits de type "Trislot", commercialisés par la société Bekaert, Belgique.

10 Selon une autre forme de réalisation de la présente invention, le support de filtration comprend des tamis, de préférence horizontaux, encore appelés filtres-plans, d'une grandeur de maille variant entre environ 10  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$ , de préférence entre environ 10  $\mu\text{m}$  et environ 20  $\mu\text{m}$ .

15 De la même façon que précédemment, les filtres-plans sont réalisés en un matériau de qualité alimentaire, résistent aux solvants et réactifs utilisés dans la filtration.

20 A titre d'exemple non limitatif de tamis utilisable, on citera le tamis de type M15 commercialisé par la société South West Screen, Belgique.

25 L'invention se rapporte également à un nouveau procédé de régénération in situ d'adjuvants de filtration, nouveau en lui-même et pouvant être utilisé notamment pour la régénération des adjuvants de l'invention.

25 Le procédé de régénération selon l'invention se caractérise en ce qu'il comprend les étapes consistant à :

- laver le milieu filtrant avec une solution de soude, à une concentration variant entre environ 2 % et environ 5 %, à une température d'au moins environ 80°C, pendant une durée variant entre environ 60 minutes et environ 120 minutes, et

- effectuer un traitement enzymatique du milieu filtrant avec une composition enzymatique, à une température variant entre environ 40°C et environ 60°C, pendant une durée variant entre environ 100 minutes et environ 200 minutes, ledit traitement enzymatique étant réalisé après plusieurs cycles de filtration.

Selon l'invention, la composition enzymatique comprend des protéases, des agents capables de lyser les levures, éventuellement des agents de catalyse enzymatique, tels que définis dans ce qui précède.

10

Le procédé de régénération in situ selon l'invention est particulièrement bien adapté à la régénération des nouveaux adjuvants de l'invention, mais ne saurait être limité à ces adjuvants particuliers, ni au procédé de filtration selon l'invention décrit plus haut.

15

L'invention concerne enfin de nouveaux supports de filtration.

20

Selon une première forme de réalisation, les supports de filtration selon l'invention se caractérisent en ce qu'ils consistent en des bougies comprenant un fil réalisé à partir de matière de qualité alimentaire résistante aux réactifs utilisés dans le procédé de filtration, enroulé en spires autour d'un support vertical, la distance entre deux spires variant entre environ 20  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$ , de préférence entre environ 20  $\mu\text{m}$  et environ 45  $\mu\text{m}$  et possèdent la forme trapézoïdale telle que définie dans ce qui précède.

25

Selon une autre forme de réalisation, les supports de filtration selon l'invention se caractérisent en ce qu'ils consistent en des tamis, de préférence horizontaux, réalisés à partir de matière de qualité alimentaire résistante aux réactifs utilisés dans le procédé de filtration, d'une grandeur de maille variant entre

environ 10  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$ , de préférence entre environ 10  $\mu\text{m}$  et environ 20  $\mu\text{m}$ .

5 Les nouveaux supports de filtration selon l'invention sont particulièrement bien adaptés pour la mise en oeuvre du procédé de filtration de l'invention mais leur utilisation en saurait être limitée à ce procédé particulier.

10 Des avantages et caractéristiques supplémentaires de l'invention apparaîtront encore à la lumière de la description plus détaillée qui suit de formes de réalisation de l'invention, données à titre purement illustratif et non limitatif.

Exemple.

15 1) Installation.

L'adjuvant utilisé est du Nylon 11, disponible commercialement sous la dénomination RILSAN<sup>®</sup> auprès de la société Atochem, France.

20 Le filtre à bougies utilisé est constitué d'une zone d'alimentation conique, d'une virole cylindrique d'un diamètre de 215 mm et d'une hauteur de 2,05 m. Trois bougies de 32 mm de diamètre dont l'intérieur communique avec la zone de récolte du filtrat sont suspendues dans la virole. La hauteur des bougies est de 1,5 m et la distance entre leurs axes est de 86 mm, pour déposer un gâteau d'une épaisseur de 25 mm au maximum tout en préservant une distance de 15 mm entre la surface du gâteau et la paroi de la virole. Le volume total du filtre est de 25 78 l et la surface de filtration de 0,45  $\text{m}^2$ . Le seuil de coupure des bougies est de 30  $\mu\text{m}$  et le profil du fil trapézoïdal.

30 2) Filtration.

2.1) Dépôt de la précouche.

5 L'installation est en premier lieu stérilisée et désaérée avant le dépôt de la précouche qui est mené à un débit de 20 à 30 hl/hm<sup>2</sup>, et de la même manière que sur un filtre industriel. L'injection de la suspension de moût contenant le RILSAN<sup>®</sup> est réalisée pendant 7 minutes en moyenne et une recirculation de 15 minutes permet de déposer la totalité de l'adjuvant. Si la stabilisation de la bière est effectuée en même temps que la filtration, la précouche est constituée d'un mélange de RILSAN<sup>®</sup> et de PVPP disponible commercialement auprès de la 10 société Gaf, U.S.A.

15 Dans ce cas, les proportions entre ces deux constituants (PVPP / RILSAN<sup>®</sup>) sont les mêmes que pour l'alluvionnage, à savoir 2/1 à 1/4 en poids, pour qu'après débâtiage, la composition de la masse filtrante régénérée ne soit pas modifiée. Indépendamment de l'addition de PVPP, la concentration en précouche atteint de 1,5 à 2 kg/m<sup>2</sup>, valeur supérieure aux teneurs recommandées conventionnellement, mais qui représente une épaisseur de gâteau sensiblement voisine de celle obtenue pour des adjuvants traditionnels.

20 2.2) Filtration.

25 Le choix du débit de filtration est conditionné par la montée en pression ainsi que par le temps de contact nécessaire pour obtenir un effet stabilisant suffisant. Pour ce faire, les installations de stabilisation au PVPP fonctionnent à un débit voisin de 10 hl/hm<sup>2</sup>.

30 Un premier essai réalisé sur un filtre-plan, avec une bière de type Pils contenant un million de levures / ml additionnée d'un mélange de 25 à 200 g / hl de RILSAN<sup>®</sup> et de 50 g / hl de PVPP a donné lieu à une montée en pression variant entre 15000 et 30000 N.m<sup>-2</sup> / heure selon la composition du mélange, le

PVPP représentant entre 20 % et 67 % en poids de l'alluvionnage total. Pour des teneurs identiques en kieselguhr, une montée en pression supérieure à  $80000 \text{ N.m}^{-2}$  / heure est constatée dans le mêmes conditions.

5                    Un deuxième essai est réalisé avec une bière de type Pils obtenue par darauflassen et dont la charge après centrifugation atteint 300 000 levures / ml. Elle conduit, pour une concentration totale en alluvionnage de 150 g/hl (100 g/hl d'adjvant et 50 g/hl de PVPP) à une différence de pression entre l'entrée et la sortie du filtre de  $50000 \text{ N.m}^{-2}$  après 20 heures de filtration et ce pour un débit de  
10                10 hl / hm<sup>2</sup>.

15                Toujours à 10 hl/m<sup>2</sup> et pour la même teneur en alluvionnage, une bière dont la charge est de 5 millions de levures par ml conduit à une montée en pression de  $35000 \text{ N.m}^{-2}$  / heure.

### 2.3)            Qualité de la bière.

20                La clarté de la bière après filtration répond aux normes en la matière. Elle est largement inférieure à 0,7° EBC, valeur recommandée et est, lors d'essais menés à basse température, inférieure à 0,5° EBC. Des valeurs de 0,3° EBC ont été régulièrement mesurées.

25                La stérilité de la filtration est vérifiée par prélèvement d'échantillons de 0,5 l qui sont filtrés sur une membrane en nitrate de cellulose de 0,45 µm de seuil de coupure. La membrane est ensemencée à l'aide d'un milieu de culture de type malt extract agar et incubée à 30°C pendant 5 jours. Un seuil de 0 levure / 0,5 l est atteint à la fin du vorlauf.

30                En comparant les caractéristiques de la bière avant et après filtration et indépendamment de la concentration en adjvant, aucun phénomène d'adsorption

par l'adjvant de filtration selon l'invention n'est détectable, en particulier en ce qui concerne la couleur et la teneur en isohumulones. De plus, l'ajout de 50 g / hl de PVPP à l'alluvionnage conduit à une réduction de 50 % en concentration des polyphénols totaux même en présence de levures.

5

Deux bières de référence, l'une étant filtrée avec le procédé selon l'invention, l'autre avec un procédé conventionnel ont été soumises à une dégustation par un groupe de huit experts. Aucune différence significative de goût n'a été détectée.

10

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau I figurant en annexe de la présente demande de brevet.

#### 2.4) Régénération.

15

Un lavage de la masse filtrante réalisé dans l'outil de filtration et sans débâtissage avec une solution de soude à 2 % à une température de 80°C a entraîné une réduction de la taille des levures de 40 % après deux heures de traitement.

20

Ces déchets demeurent trop gros pour pouvoir être éliminés du gâteau par simple lavage et provoquent en s'accumulant un accroissement de la montée en pression durant la filtration. Ainsi, pour une bière, contenant initialement un million de levures / ml, filtrée à un débit de 10 hl / hm<sup>2</sup> en présence de 50 g / hl de RILSAN<sup>®</sup> et de 50 g / hl de PVPP, la montée en pression varie d'un facteur trois après cinq cycles.

25  
30

Un traitement enzymatique permet de remédier à cette situation, en réduisant la taille des levures de 25 % à 35 % après traitement pendant deux à trois heures.

Le traitement enzymatique est réalisé en lavant la masse filtrante par une solution d'enzymes disponible commercialement sous la dénomination YLE® auprès de la société Amano. Le traitement enzymatique est effectué à un pH de 5-6 et à une température de 50°C après l'attaque à la soude, ce qui implique de ramener pH et température aux valeurs ci-dessus.

Les déchets de cette lyse sont ensuite éliminés par un second lavage à la soude. La périodicité du traitement enzymatique dépend de la charge initiale de la bière avant filtration, du type de filtre utilisé et de la longueur de cycle souhaitée.

#### Exemple comparatif.

Les volumes de bière filtrée par le procédé de l'invention et par un procédé de filtration conventionnel ont été comparés par extrapolation, sur une unité de filtration constituée d'un filtre unique à bougies. Dans cet essai comparatif, la surface de filtration est de  $80 \text{ m}^2$  et permet de déposer un gâteau d'un volume de  $3 \text{ m}^3$  avec une distance entre les gâteaux déposés sur les bougies de 5 mm en fin de filtration.

La charge de la bière avant filtration est supposée être de un million de levures / ml et le débit de filtration est de  $10 \text{ hl} / \text{hm}^2$ . Le volume filtré par cycle est calculé de façon à ce que le volume laissé libre pour les bourbes soit totalement rempli en fin de cycle et que la différence de pression finale ne dépasse pas  $400000 \text{ N.m}^{-2}$ , valeur permettant une contre-pression importante.

Pour une teneur en alluvionnage (a) donnée, le volume filtré par cycle ( $V_f$ ) est calculé à partir du volume libre pour le gâteau ( $3 \text{ m}^3$ ) et de la concentration en adjuvant de la précouche ( $a_p$ ) selon la réaction :

$$V_f = \frac{3 \rho_{GS} - 80 a_p}{a}$$

5 dans laquelle  $\rho_{GS}$  représente la masse spécifique apparente du gâteau.

La pression finale est alors calculée selon la loi de fonctionnement relative à une filtration cylindrique menée à débit constant, telle décrite par J. Hermia et al., dans *Filtration and Separation*, 1994, 31, 721-725.

10 Les résultats sont illustrés dans le tableau II figurant en annexe de la présente demande de brevet.

15 Dans le tableau II,  $a_p$  désigne le poids d'adjuvant par mètre carré de surface;  $a$  désigne le poids d'adjuvant par hl de bière;  $\rho_{GS}$  désigne la masse apparente spécifique du gâteau;  $\Delta P$  désigne la perte de charge du gâteau;  $t_f$  le temps de filtration et  $V_f$  le volume filtré.

Outre l'avantage de pouvoir régénérer *in situ* la masse filtrante, le nouveau procédé selon l'invention permet de filtrer des volumes généralement plus importants de bière que les procédés conventionnels.

20 Il va de soi que l'invention ne se limite nullement aux formes de réalisation qui viennent d'être décrites dans ce qui précède et qui sont données à titre purement illustratif et non limitatif, mais en embrasse au contraire toutes les variantes.

25 Ainsi, bien que l'invention ait été décrite dans ce qui précède plus particulièrement en utilisant la technique de filtration en alluvionnage, les nouveaux adjuvants et supports de l'invention et les procédés de filtration et de régénération de l'invention peuvent être utilisés avec la même efficacité dans la 30 technique de filtration en précouche.

L'homme du métier aura toute possibilité d'apporter des modifications à la présente invention, relevant de la simple mise au point de l'invention, sans pour autant sortir du cadre de ses éléments caractéristiques, tel que défini dans les 5 revendications qui suivent.

AnnexeTableau I.Caractéristiques de la bière filtrée.

	Essai avec RILSAN® seul		Essai avec mélange RILSAN® / PVPP	
	Bière non filtrée	Bière filtrée	Bière non filtrée	Bière filtrée
Couleur (EBC)	6,2	6,1	5,4	5,0
Isohumulones (EBU)	23,1	22,8	23,3	22,9
Polyphénols (mg / l)	196	184	200	90

Tableau II.Volumes filtrés selon le type d'alluvionnage.

	Kieselguhr	RILSAN® seul	RILSAN® / PVPP
$a_p$ (kg / m <sup>2</sup> )	1	2	2
$a$ (g / hl)	100	80	50 + 50
$\rho_{GS}$ (kg / m <sup>3</sup> )	325	480	350
$\Delta P$ (N.m <sup>-2</sup> )	360000	40000	90000
$t_f$ (h)	12,0	14,9	11,1
$V_f$ (hl)	8950	14870	8900

Revendications.

5        1.        Adjuvants de filtration régénérables, utilisables pour la filtration de liquide, notamment de bière fin de garde, caractérisés en ce qu'ils comprennent des grains polymériques incompressibles synthétiques ou naturels ou des grains incompressibles naturels possèdant un coefficient de sphéricité variant entre environ 0,6 et environ 0,9.

10        2.        Adjuvants de filtration selon la revendication 1, caractérisés en ce qu'ils comprennent des grains d'une taille moyenne variant entre environ 20  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$ , formant un gâteau de filtration d'une porosité comprise entre environ 0,4 et environ 0,8 et d'une masse spécifique variant entre environ 1000 et environ 1500  $\text{kg}/\text{m}^3$ .

15        3.        Adjuvants de filtration selon la revendication 2, caractérisés en ce qu'ils comprennent des grains d'une taille moyenne variant entre environ 20  $\mu\text{m}$  avec un écart-type d'environ 10  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$  avec un écart-type d'environ 25  $\mu\text{m}$ .

20        4.        Adjuvants de filtration selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisés en ce qu'ils comprennent des grains d'une taille moyenne d'environ 35  $\mu\text{m}$  avec un écart-type d'environ 15  $\mu\text{m}$  et d'une masse spécifique d'environ 1200  $\text{kg}/\text{m}^3$ .

25        5.        Adjuvants de filtration selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisés en ce que les grains polymériques synthétiques ou naturels ou les grains incompressibles naturels sont des grains obtenus notamment à partir de polyamide, de polychlorure de vinyle, de produits fluorés,

de polypropylène, de polystyrène, de polyéthylène, de certains dérivés de silice, par exemple de ryolites, de verre, ainsi que leurs mélanges.

6. Adjuvants de filtration selon l'une quelconque des 5 revendications 1 à 5, caractérisés en ce que les grains de polyamide consistent de préférence en des grains de polycaprolactame, d'adipamide de poly(hexaméthylène), de nonanediamide de poly(hexaméthylène), de sébacamide de poly(hexaméthylène), de dodécanodiamide de poly(hexaméthylène), de polyundécanolactame, de polylauryllactame et/ou leurs mélanges.

10

7. Adjuvants de filtration selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que les grains consistent en des grains de polyundécanolactame.

15

8. Procédé de filtration d'un liquide, notamment de bière fin de garde comprenant des étapes de désaération, de dépôt d'une précouche sur un support de filtration, de recirculation, caractérisé en ce que l'étape de filtration est réalisée avec un adjuvant de filtration selon l'une quelconque des revendications 1 à 7.

20

9. Procédé de filtration selon la revendication 8, caractérisé en ce que la proportion entre l'adjuvant de filtration et le liquide à filtrer varie entre environ 25 g d'adjuvant / hl de liquide et environ 250 g d'adjuvant / hl de liquide.

25

10. Procédé de filtration selon la revendication 8 ou 9, caractérisé en ce qu'il comprend de plus une étape de stabilisation.

30

11. Procédé de filtration selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'étape de stabilisation est réalisée de façon concomittante avec l'étape de filtration.

12. Procédé de filtration selon la revendication 10 ou 11, caractérisé en ce que l'étape de stabilisation comprend l'utilisation d'un agent de stabilisation, par exemple du PVPP.

5

13. Procédé de filtration selon l'une quelconque des revendications 8 à 12, caractérisé en ce qu'il comprend de plus, après l'étape de filtration de la bière, une étape de régénération *in situ* de l'adjuvant de filtration, comprenant les étapes consistant à :

10

- laver le milieu filtrant avec une solution de soude, à une concentration variant entre environ 2 % et environ 5 %, à une température d'au moins environ 80°C, pendant une durée variant entre environ 60 minutes et environ 120 minutes, et

15

- effectuer un traitement enzymatique du milieu filtrant avec une composition enzymatique, à une température variant entre environ 40°C et environ 60°C, pendant une durée variant entre environ 100 minutes et environ 200 minutes, ledit traitement enzymatique étant réalisé après plusieurs cycles de filtration.

20

14. Procédé de filtration selon la revendication 13, caractérisé en ce que la composition enzymatique comprend des protéases, des agents capables de lyser les levures, éventuellement des agents de catalyse enzymatique.

25

15. Procédé de filtration selon la revendication 13 ou 14, caractérisé en ce que le traitement enzymatique est réalisé lorsque la montée en pression par heure devient trop importante et significativement plus élevée qu'avec un adjuvant de filtration non encrassé.

30

16. Procédé de filtration selon la revendication 15, caractérisé en ce que le traitement enzymatique est réalisé quand la montée en pression dans

la cuve de filtration atteint environ 80 % de la pression maximale autorisée par la construction mécanique du filtre.

5 17. Procédé de filtration selon l'une quelconque des revendications 8 à 16, caractérisé en ce que le support de filtration comprend des bougies comprenant un fil enroulé en spires autour d'un support vertical, la distance entre deux spires variant entre environ 20  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$ , de préférence entre environ 20  $\mu\text{m}$  et environ 45  $\mu\text{m}$ .

10 18. Procédé de filtration selon la revendication 17, caractérisé en ce que le fil enroulé en spires a une forme trapézoïdale, le grand côté du trapèze étant dirigé vers l'extérieur du filtre à bougies, du côté de la matière à filtrer.

15 19. Procédé de filtration selon l'une quelconque des revendications 8 à 16, caractérisé en ce que le support de filtration comprend des tamis, de préférence horizontaux, d'une grandeur de maille variant entre environ 10  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$ , de préférence entre environ 10  $\mu\text{m}$  et environ 20  $\mu\text{m}$ .

20 20. Procédé de filtration selon selon l'une quelconque des revendications 17 à 19, caractérisé en ce que les fils ou les tamis sont réalisés à partir de matière de qualité alimentaire résistante aux réactifs utilisés dans le procédé de filtration.

25 21. Procédé de régénération *in situ* d'un adjuvant de filtration caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :

- laver le milieu filtrant avec une solution de soude, à une concentration variant entre environ 2 % et environ 5 %, à une température d'au moins environ 80°C, pendant une durée variant entre environ 60 minutes et environ 120 minutes, et

- effectuer un traitement enzymatique du milieu filtrant avec une composition enzymatique, à une température variant entre environ 40°C et environ 60°C, pendant une durée variant entre environ 100 minutes et environ 200 minutes, ledit traitement enzymatique étant réalisé après plusieurs cycles de filtration.

22. Procédé de régénération selon la revendication 21, caractérisé en ce que la composition enzymatique comprend des protéases, des agents capables de lyser les levures, éventuellement des agents de catalyse enzymatique.

23. Procédé de régénération selon la revendication 21 ou 22, caractérisé en ce que le traitement enzymatique est réalisé quand la montée en pression par heure devient trop importante et significativement plus élevée qu'avec un adjuvant de filtration non engraissé.

24. Procédé de régénération selon la revendication 23, caractérisé en ce que le traitement enzymatique est réalisé quand la montée en pression dans la cuve de filtration atteint environ 80 % de la pression maximale autorisée par la construction mécanique du filtre

25. Procédé de régénération selon l'une quelconque des revendications 21 à 24, caractérisé en ce que l'adjuvant consiste en un adjuvant selon l'une quelconque des revendications 1 à 7

25 26. Support de filtration, caractérisé en ce qu'il comprend des bougies comprenant un fil réalisé à partir de matière de qualité alimentaire résistante aux réactifs utilisés dans le procédé de filtration, enroulé en spires autour d'un support vertical, la distance entre deux spires variant entre environ 20  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$ , de préférence entre environ 20  $\mu\text{m}$  et environ 45  $\mu\text{m}$ .

30

27. Support de filtration selon la revendication 26, caractérisé en ce que le fil enroulé en spires a une forme trapézoïdale, le grand côté du trapèze étant dirigé vers l'extérieur du filtre à bougies, du côté de la matière à filtrer.

5

28. Support de filtration, caractérisé en ce qu'il comprend des tamis, de préférence horizontaux, réalisés à partir de matière de qualité alimentaire résistante aux réactifs utilisés dans le procédé de filtration, d'une grandeur de maille variant entre environ 10  $\mu\text{m}$  et environ 70  $\mu\text{m}$ , de préférence entre environ 10  $\mu\text{m}$  et environ 20  $\mu\text{m}$ .

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/IB 96/00440

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER				
IPC 6 B01D39/04 B01D39/06 C12H1/04 C12H1/06 B01D37/02 B01D41/02				
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC				
B. FIELDS SEARCHED				
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 B01D C12H				
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched				
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)				
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT				
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.		
X	EP,A,0 483 099 (KRONTEC S.A. & ENGINEERING COMPANY ARTOIS N.V.) 29 April 1992  see page 2, line 34 - page 3, line 13 see page 3, line 28 - page 4, line 19 see page 5, line 39 - page 6, line 7 see claims	1,5, 8-12,19, 20		
A	---	2-4,13, 17,21,26		
A	EP,A,0 064 620 (AKZO GMBH) 17 November 1982  see abstract see page 2, paragraph 1 see page 3, paragraph 2 - page 5, paragraph 1 see page 11, paragraph 2 ---	1-5,9		
		-/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.		<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents :				
*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance		*T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention		
*E* earlier document but published on or after the international filing date		*X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone		
*L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)		*Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art		
*O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		*&* document member of the same patent family		
*P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed				
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report		
12 August 1996		23.08.96		
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax (+ 31-70) 340-3016		Authorized officer  Stevnsborg, N		

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/IB 96/00440

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE,A,41 25 594 (SCHENK-FILTERBAU GMBH) 25 June 1992 see the whole document ---	1-5,8
A	GB,A,867 613 (BREWING PATENTS LIMITED) 10 May 1961 see the whole document ---	1,5,6,8, 9
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 105, no. 17, 27 October 1986 Columbus, Ohio, US; abstract no. 151542, J. KRALICEK ET AL.: "PULVERISED POLYAMIDE SORBENT BASED ON LIGNIN" page 567; XP002010676 see abstract & CS,A,227 470 (J.KRALICEK ET AL.) 15 April 1986 ---	6,7
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 73, no. 19, 9 November 1970 Columbus, Ohio, US; abstract no. 98417, YU.L.MOSKOVICH: "LACTAMS" page 331; XP002010677 see abstract & SU,A,270 739 (YU.L.MOSKOVICH) 12 May 1970 ---	7
A	GB,A,2 239 401 (SEITZ-FILTER-WERKE THEO & GEO SEITZ GMBH & CO) 3 July 1991 see abstract see page 3, paragraph 2 see page 5, paragraph 2 - page 6, paragraph 2 see page 11, paragraph 2 - page 12, paragraph 2 see page 15, paragraph 2 - page 16, paragraph 1 ---	8,10-12, 17,26
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 409 (C-0876), 18 October 1991 & JP,A,03 169311 (NIPPON MIRIPORA KOGYO K.K.), 23 July 1991, see abstract & DATABASE WPI Section Ch, Week 9135 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D05, AN 91-257714 & JP,A,03 169 311 (NIPPON MILLIPORE K0.) , 23 July 1991 see abstract ---	17,26
2		-/-

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/IB 96/00440

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US,A,3 220 928 (SCHWARZ LABORATORIES, INC.) 30 November 1965 see the whole document ---	13-16, 19-28
Y	EP,A,0 611 249 (FILTROX-WERK AG) 17 August 1994 see column 3, line 5 - column 4, line 23 see claims ---	13,14, 21,22
A		1,5,22
Y	EP,A,0 253 233 (HENNINGER BRÄU AG) 20 January 1988 see page 3, line 32 - line 44 see claims ---	13,14, 21,22
A		1,5
A	GB,A,2 190 603 (SEITZ ENZINGER NOLL MASCHINENBAU AKTIENGESELLSCHAFT) 25 November 1987 see abstract see page 1, line 74 - line 122 see page 4, line 70 - line 92 see claims -----	1,5, 21-23

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

Int'l Application No

PCT/IB 96/00440

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP-A-0483099	29-04-92	LU-A-	87826	25-05-92
EP-A-0064620	17-11-82	DE-A- CA-A- US-E-	3117345 1193070 RE32503	25-11-82 10-09-85 15-09-87
DE-A-4125594	25-06-92	AT-T- CA-A- DE-D- WO-A- EP-A- ES-T- JP-T- US-A-	132054 2076745 59107162 9211085 0515585 2082229 5504510 5484620	15-01-96 23-06-92 08-02-96 09-07-92 02-12-92 16-03-96 15-07-93 16-01-96
GB-A-867613		NONE		
GB-A-2239401	03-07-91	DE-A- CH-A- US-A- US-A-	3943249 682220 5169528 5290457	04-07-91 13-08-93 08-12-92 01-03-94
US-A-3220928	30-11-65	NONE		
EP-A-0611249	17-08-94	CZ-A- JP-A-	9400212 6277509	17-08-94 04-10-94
EP-A-0253233	20-01-88	DE-A- DK-B- JP-A-	3623484 169402 63065950	21-01-88 24-10-94 24-03-88
GB-A-2190603	25-11-87	DE-A- CH-A-	3617519 672602	26-11-87 15-12-89

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

D de Internationale No  
PCT/IB 96/00440

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
C1B 6 B01D39/04 B01D39/06 C12H1/04 C12H1/06 B01D37/02  
B01D41/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)  
C1B 6 B01D C12H

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	EP,A,0 483 099 (KRONTEC S.A. & ENGINEERING COMPANY ARTOIS N.V.) 29 Avril 1992 voir page 2, ligne 34 - page 3, ligne 13 voir page 3, ligne 28 - page 4, ligne 19 voir page 5, ligne 39 - page 6, ligne 7 voir revendications	1,5, 8-12,19, 20
A	---	2-4,13, 17,21,26
A	EP,A,0 064 620 (AKZO GMBH) 17 Novembre 1982 voir abrégé voir page 2, alinéa 1 voir page 3, alinéa 2 - page 5, alinéa 1 voir page 11, alinéa 2 ---	1-5,9

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

### \* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- "&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

12 Août 1996

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

23.08.96

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+ 31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Stevnsborg, N

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

D de Internationale No  
PCT/IB 96/00440

**C(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS**

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées	
A	DE,A,41 25 594 (SCHENK-FILTERBAU GMBH) 25 Juin 1992 voir le document en entier ---	1-5,8	
A	GB,A,867 613 (BREWING PATENTS LIMITED) 10 Mai 1961 voir le document en entier ---	1,5,6,8, 9	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 105, no. 17, 27 Octobre 1986 Columbus, Ohio, US; abstract no. 151542, J. KRALICEK ET AL.: "PULVERISED POLYAMIDE SORBENT BASED ON LIGNIN" page 567; XP002010676 voir abrégé & CS,A,227 470 (J.KRALICEK ET AL.) 15 Avril 1986 ---	6,7	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 73, no. 19, 9 Novembre 1970 Columbus, Ohio, US; abstract no. 98417, YU.L.MOSKOVICH: "LACTAMS" page 331; XP002010677 voir abrégé & SU,A,270 739 (YU.L.MOSKOVICH) 12 Mai 1970 ---	7	
A	GB,A,2 239 401 (SEITZ-FILTER-WERKE THEO & GEO SEITZ GMBH & CO) 3 Juillet 1991 voir abrégé voir page 3, alinéa 2 voir page 5, alinéa 2 - page 6, alinéa 2 voir page 11, alinéa 2 - page 12, alinéa 2 voir page 15, alinéa 2 - page 16, alinéa 1 ---	8,10-12, 17,26	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 409 (C-0876), 18 Octobre 1991 & JP,A,03 169311 (NIPPON MIRIPORA KOGYO K.K.), 23 Juillet 1991, voir abrégé & DATABASE WPI Section Ch, Week 9135 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D05, AN 91-257714 & JP,A,03 169 311 (NIPPON MILLIPORE KO.) , 23 Juillet 1991 voir abrégé ---	17,26	
2			
8	A	US,A,3 220 928 (SCHWARZ LABORATORIES, INC.) 30 Novembre 1965 voir le document en entier ---	13-16, 19-28
		-/-	

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Die internationale No  
PCT/IB 96/00440

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		PCT/IB 96/00440
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	EP,A,0 611 249 (FILTROX-WERK AG) 17 Août 1994 voir colonne 3, ligne 5 - colonne 4, ligne 23 voir revendications	13,14, 21,22
A	---	1,5,22
Y	EP,A,0 253 233 (HENNINGER BRÄU AG) 20 Janvier 1988 voir page 3, ligne 32 - ligne 44 voir revendications	13,14, 21,22
A	---	1,5
A	GB,A,2 190 603 (SEITZ ENZINGER NOLL MASCHINENBAU AKTIENGESELLSCHAFT) 25 Novembre 1987 voir abrégé voir page 1, ligne 74 - ligne 122 voir page 4, ligne 70 - ligne 92 voir revendications	1,5, 21-23
	-----	

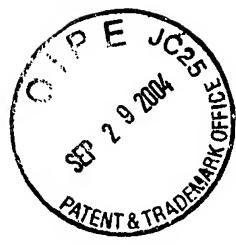
## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

**Renouvellement relatif - .nemtres te. familles de brevets**

Dr. le Internationale No

PCT/IB 96/00440

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
EP-A-0483099	29-04-92	LU-A-	87826	25-05-92
EP-A-0064620	17-11-82	DE-A-	3117345	25-11-82
		CA-A-	1193070	10-09-85
		US-E-	RE32503	15-09-87
DE-A-4125594	25-06-92	AT-T-	132054	15-01-96
		CA-A-	2076745	23-06-92
		DE-D-	59107162	08-02-96
		WO-A-	9211085	09-07-92
		EP-A-	0515585	02-12-92
		ES-T-	2082229	16-03-96
		JP-T-	5504510	15-07-93
		US-A-	5484620	16-01-96
GB-A-867613		AUCUN		
GB-A-2239401	03-07-91	DE-A-	3943249	04-07-91
		CH-A-	682220	13-08-93
		US-A-	5169528	08-12-92
		US-A-	5290457	01-03-94
US-A-3220928	30-11-65	AUCUN		
EP-A-0611249	17-08-94	CZ-A-	9400212	17-08-94
		JP-A-	6277509	04-10-94
EP-A-0253233	20-01-88	DE-A-	3623484	21-01-88
		DK-B-	169402	24-10-94
		JP-A-	63065950	24-03-88
GB-A-2190603	25-11-87	DE-A-	3617519	26-11-87
		CH-A-	672602	15-12-89



THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)